

## SHORT-FORMAT PAPERS

Contributions intended for publication under this heading should follow the format given in the Checklist for Authors |Acta Cryst. (1985). C41, 1-4|.

Acta Cryst. (1987). C43, 1425-1426

## Wolframhexabromid

VON WOLFGANG WILLING UND ULRICH MÜLLER

Fachbereich Chemie der Universität Marburg, Hans-Meerwein-Strasse, D-3550 Marburg,  
Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 8. Oktober 1986; angenommen am 9. März 1987)

**Abstract.**  $\text{WBr}_6$ ,  $M_r = 663.3$ , rhombohedral,  $R\bar{3}$ ,  $a = 6.394(2)$ ,  $c = 17.53(1)$  Å,  $V = 620.8$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 3$ ,  $D_x = 5.32$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 417.5$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 852$ ,  $T = 296$  K,  $R = 0.068$  for 259 unique observed reflexions.  $\text{WBr}_6$  is isostructural with  $\alpha\text{-WCl}_6$  and consists of exactly octahedral  $\text{WBr}_6$  molecules with W—Br bond lengths of 2.454(3) Å; the Br atoms are arranged in a nearly hexagonal close packing.

**Experimentelles.** Synthese aus W und Br<sub>2</sub> (Brauer, 1981), Kristallisation durch siebenwöchiges Stehenlassen unter trockenem Br<sub>2</sub> bei 370 K. Extrem feuchtigkeitsempfindlicher Kristall in Quarzkapillare. Komplizierte Morphologie mit zahlreichen Flächen: {001}, {101}, {012}, {111}, {132} (hexagonale Indices); Abstand zwischen gegenüberliegenden Flächen 0,119 bis 0,156 mm. Diffraktometer Enraf-Nonius CAD-4. Gitterparameterberechnung mit 12 Reflexen  $10 < \theta < 23^\circ$ . Intensitätsmessung durch  $\omega$ -scan in Meßbereich  $\sin\theta/\lambda < 0,85$  Å<sup>-1</sup>,  $0 \leq h \leq 9$ ,  $-9 \leq k \leq -9$ ,  $-29 \leq l \leq 29$ . Kontrollreflexe 030 und 111 zeigten Intensitätsschwankungen <2%. Absorptionskorrektur durch numerische Integration für den vermessenen Kristall; Transmissionsfaktoren 0,023 bis 0,074. Wegen der extrem hohen Absorption konnte trotz Absorptionskorrektur nur eine begrenzte Genauigkeit erzielt werden, wie am übereinstimmungsindex von  $R = 0,142$  nach Mittelung symmetrieäquivalenter Reflexe zu erkennen ist. 1849 gemessene Reflexe, 253 Reflexe mit  $F < 2\sigma(F)$ , 444 Reflexe mit  $F < 4\sigma(F)$ . 13 Parameter verfeinert durch Minimalisieren von  $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ ,  $w = 3,4/\sigma^2(F)$ , einschließlich eines Parameters 'Kristallgröße' zur Verbesserung der Absorptionskorrektur. Verfeinerung bis alle  $\Delta/\sigma < 0,002$ . Keine Extinktionskorrektur. Vor allem bei schwachen, weniger genau meßbaren Reflexen war die

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Parameter für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor  $\exp(-8\pi^2 U \sin^2\theta/\lambda^2)$  für  $\text{WBr}_6$

$$U_{\text{eq}} = \frac{4}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33}) + \frac{1}{3}U_{33}$$

	x	y	z	$U_{\text{eq}}(\text{Å}^2)$
W	0	0	0	0,016 (1)
Br	0,3157 (4)	0,0049 (5)	-0,0808 (1)	0,034 (1)

Übereinstimmung schlecht; bei diesen Reflexen wirkten sich die Meßfehler offenbar überproportional stark durch die hohen Korrekturfaktoren bei der Absorptionskorrektur aus.  $R = 0,112$ ,  $wR = 0,058$  für 440 Reflexe mit  $F > 2\sigma(F)$  und  $R = 0,068$ ,  $wR = 0,051$  für 259 Reflexe  $F > 4\sigma(F)$ . Höchstes Maximum in abschließender Differenz-Fourier-Synthese:  $3,7 \text{ e Å}^{-3}$  an der Position des W-Atoms. Atomformfaktoren: Cromer & Mann (1968);  $f'$ ,  $f''$ : Cromer & Liberman (1970). Rechenprogramme: CADLP (Müller, 1971), SHELX76 (Sheldrick, 1976).

Die Atomkoordinaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.\* Es sind exakt oktaedrische  $\text{WBr}_6$ -Moleküle vorhanden; alle Bindungswinkel  $90,0(1)^\circ$ , W—Br-Abstand 2,454(3) Å.

**Verwandte Literatur.** Die Struktur ist isotyp zu  $\alpha\text{-WCl}_6$  (Ketelaar & van Oosterhout, 1943).  $\beta\text{-WCl}_6$ : Smith, Landingham, Smith & Johnson (1968), Taylor & Wilson (1974). Zusammenstellung von bekannten und hypothetischen Hexahalogenidstrukturen: Müller (1979).  $\text{WBr}_4$ : Müller (1984).

\*Die Liste der Strukturformfaktoren und der anisotropen Temperaturfaktoren sind bei der British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43858: 6 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Herrn Fritjof Schmock danken wir für seine Hilfe bei der Kristallzüchtung. Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für Sachmittel.

#### Literatur

- BRAUER, G. (1981). *Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie*, 3. Aufl. Bd. III, S. 1562.
- CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1897.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- KETELAAR, J. A. A. & VAN OOSTERHOUT, G. W. (1943). *Recl Trav. Chim. Pays-Bas*, **62**, 197–200.
- MÜLLER, U. (1971). *CADLP. Programm zur Auswertung und Lp-Korrektur von Diffraktometerdaten*. Univ. Marburg, Bundesrepublik Deutschland.
- MÜLLER, U. (1979). *Acta Cryst.* **A35**, 188–193.
- MÜLLER, U. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 915–917.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programm für die Strukturbestimmung. Univ. Cambridge, England.
- SMITH, D. K., LANDINGHAM, R. L., SMITH, G. S. & JOHNSON, Q. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 1563.
- TAYLOR, J. C. & WILSON, P. S. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1216–1220.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 1426–1427

## Orthorhombic Modification of Dichlorotetrakis(dimethyl sulfoxide)ruthenium(II)

BY WAHIB M. ATTIA\* AND MARIO CALLIGARIS

*Dipartimento di Scienze Chimiche, Università di Trieste, 34127, Trieste, Italy*

(Received 24 October 1986; accepted 2 March 1987)

**Abstract.**  $[\text{RuCl}_2(\text{C}_2\text{H}_5\text{OS})_4]$ ,  $M_r = 484.54$ , orthorhombic, *Pccn*,  $a = 28.328(5)$ ,  $b = 10.831(3)$ ,  $c = 11.751(3)$  Å,  $V = 3606(2)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 8$ ,  $D_x = 1.78$  Mg m<sup>-3</sup>, graphite-monochromatized Mo K $\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.7107$  Å,  $\mu = 1.59$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1968$ , room temperature,  $R = 0.042$  for 2904 unique observed reflections. The coordination geometry around ruthenium is essentially octahedral with *cis*-chlorine atoms. Of the four dimethyl sulfoxide ( $\text{Me}_2\text{SO}$ ) molecules, three are S- and one is O-bonded to Ru. The O-bonded ligand is *trans* to an S-bonded  $\text{Me}_2\text{SO}$ .

**Experimental.** Crystal  $0.4 \times 0.3 \times 0.2$  mm grown by cooling of a hot  $\text{Me}_2\text{SO}$  solution. Enraf–Nonius CAD-4 diffractometer controlled by a PDP11/44 computer;  $\omega/2\theta$  scan technique. Cell parameters from least-squares procedure on 25 reflections ( $14 \leq \theta \leq 19^\circ$ ). Max. and min. transmission factors for absorption correction: 0.9996 and 0.7857. 6128 reflections measured in range  $2.5 \leq \theta \leq 30^\circ$ . Indices ranged from 0 to  $h = 39$ ,  $k = 15$  and  $l = 16$ . Three standard reflections ( $\bar{1}3, 4, 4$ ,  $872$ ,  $24, 0, 0$ ) monitored every 3600 s did not vary significantly throughout data collection. 5852 unique reflections, 2904 satisfied  $I \geq 3.0\sigma(I)$ . Structure solved from Patterson map and refinement of 172 parameters based on  $F$  (Enraf–Nonius, 1979). Anisotropic thermal parameters for non-H atoms, H atoms included at their tetrahedral estimates with fixed isotropic thermal factors ( $B$

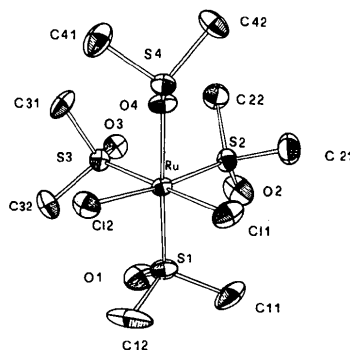


Fig. 1. View of the molecule, showing the atomic numbering (H atoms omitted for clarity).

$= 5.0$  Å<sup>2</sup>) and not refined.  $R = 0.042$ ,  $wR = 0.051$ ,  $S = 4.12$  for  $w = 1$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\max} \leq 0.07$ ,  $(\Delta\rho)_{\max} = 0.61$ ,  $(\Delta\rho)_{\min} = -0.72$  e Å<sup>-3</sup>; no extinction correction. Atomic scattering factors and anomalous-dispersion terms taken from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Computing with *SDP* (Enraf–Nonius, 1979) on a PDP11/44. Crystallographic results are summarized in Tables 1 and 2 and Fig. 1.†

† Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters and H-atom parameters have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 43836 (15 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

\* Present address: Physics Department, Suez Canal University, Ismailia, Egypt.